

# Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/JP04/019644

International filing date: 28 December 2004 (28.12.2004)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: JP  
Number: 2004-002128  
Filing date: 07 January 2004 (07.01.2004)

Date of receipt at the International Bureau: 27 January 2005 (27.01.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland  
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

05.01.2005

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日      2 0 0 4 年   1 月   7 日  
Date of Application:

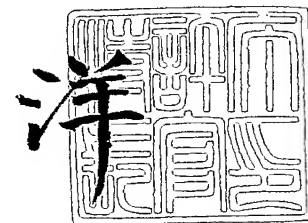
出 願 番 号      特 願 2 0 0 4 - 0 0 2 1 2 8  
Application Number:  
[ST. 10/C] :      [ J P 2 0 0 4 - 0 0 2 1 2 8 ]

出      願      人      信越化学工業株式会社  
Applicant(s):

2 0 0 4 年   9 月 1 6 日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

小 川



出証番号   出証特 2 0 0 4 - 3 0 8 3 8 2 3

【書類名】 特許願  
【整理番号】 2003-0245  
【あて先】 特許庁長官殿  
【国際特許分類】 C03B 8/04  
C03B 19/14

【発明者】  
【住所又は居所】 茨城県鹿島郡神栖町大字東和田 1 番地 信越化学工業株式会社  
精密機能材料研究所内  
【氏名】 町田 浩史

【特許出願人】  
【識別番号】 000002060  
【氏名又は名称】 信越化学工業株式会社

【代理人】  
【識別番号】 100093735  
【弁理士】  
【氏名又は名称】 荒井 鐘司  
【電話番号】 03-3270-0858

【選任した代理人】  
【識別番号】 100105429  
【弁理士】  
【氏名又は名称】 河野 尚孝

【選任した代理人】  
【識別番号】 100108143  
【弁理士】  
【氏名又は名称】 嶋崎 英一郎

【手数料の表示】  
【予納台帳番号】 172293  
【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】  
【物件名】 特許請求の範囲 1  
【物件名】 明細書 1  
【物件名】 要約書 1  
【包括委任状番号】 0006623

## 【書類名】特許請求の範囲

## 【請求項 1】

ガラス原料を酸水素火炎中で火炎加水分解させ、生成したガラス微粒子を回転しているターゲット上に堆積して多孔質母材を形成し、これを脱水、焼結して透明ガラス化する光ファイバ用石英ガラス母材の製造方法において、ガラス微粒子堆積用バーナとターゲットとの相対移動とともに変化する多孔質母材の表面温度に対して、該堆積用バーナから生じる火炎との接触時の多孔質母材の表面温度 ( $T_a$ ) と、火炎接触前の多孔質母材の表面温度 ( $T_b$ ) との温度差 ( $T_a - T_b$ ) を、 $200^{\circ}\text{C} \leq (T_a - T_b) \leq 700^{\circ}\text{C}$  に調整することを特徴とする光ファイバ用多孔質母材の製造方法。

## 【請求項 2】

請求項 1 で得られた光ファイバ用多孔質母材を脱水し、焼結・透明ガラス化してなることを特徴とする光ファイバ用ガラス母材。

【書類名】明細書

【発明の名称】光ファイバ用多孔質母材の製造方法及びガラス母材

【技術分野】

【0001】

本発明は、OVD法において、火炎加水分解法により生成したガラス微粒子を出発母材上に堆積させて多孔質母材を製造する方法、特に、ガラス微粒子の堆積効率を向上させた光ファイバ用多孔質母材の製造方法及びガラス母材に関する。

【背景技術】

【0002】

通常、光ファイバ用石英ガラス母材（以下、単に光ファイバ母材と称する）は、外付け法（OVD法）で、ガラス原料を酸水素火炎中で火炎加水分解させ、生成したガラス微粒子を回転している棒状ターゲットに、製品の大部分を堆積させて多孔質母材を製作し、これを脱水、焼結して透明ガラス化している。

近年の光ファイバ市場の低迷に伴い、より低価格の光ファイバが求められている。よって、光ファイバの前駆体である光ファイバ母材の製造においても、製造コストの低減は重要な課題である。

【0003】

ガラス原料の火炎加水分解で生成したガラス微粒子は、火炎流とともに多孔質母材に吹き付けられ、付着するが、かなりの量（約5割）が堆積されることなく、排ガスとともに系外に排出される。このため、供給したガラス原料から生成したガラス微粒子をより高効率で多孔質母材に付着させる方法が求められている。

【0004】

それには、上記OVD法において、ガラス微粒子を高効率で付着させるためには、出発母材となる棒状ターゲットとガラス微粒子堆積用バーナとの相対速度、距離、さらに、堆積用バーナの構造、堆積用バーナに流すガス流速等の因子について、詳細に検討する必要がある。

しかし、これらの個々の因子について、最適条件を求めることは、多大な時間および費用を有する。さらに、各因子に対して最適条件を得ても、各因子が変化すると、再度調査しなおす必要がある。

【0005】

そこで、特許文献1は、同心円多重管堆積用バーナを用いて、ガラス原料を火炎加水分解させて生成した微粒子をターゲットに付着させる際に、堆積中、成長するターゲット径に基づき、堆積用バーナの原料流路のレイノルズ数 $Re$ を制御することで、付着効率を向上させることができることを記載している。

しかし、この方法で付着効率を向上させるためには、 $Re$ 数を低減させる必要があり、付着速度を高速に維持して、さらに付着効率を向上させることが難しいという問題がある。

【0006】

この問題を簡易に解決するための手段として、スート表面を強制的に冷却することが知られている。

なお、多孔質母材の表面を強制的に冷却すると付着率が向上する現象については、次の現象によるものと推測されている。すなわち、堆積用バーナにより生成されたガラス微粒子がターゲット表面に付着する基本メカニズムとして、熱泳動という現象が考えられている。上記現象によると、気体中に微粒子が存在し、その周囲ガスに温度勾配が存在すると微粒子は温度の高い方向から低い方向に移動する。

【0007】

そこで、OVD法において、堆積用バーナを相対移動させて、火炎加水分解により生成した微粒子が火炎とともに直接ターゲットに衝突している領域を除いて、多孔質母材の表面を強制的に冷却することにより、この冷却領域に再び堆積用バーナが相対移動してきた際に、近隣の堆積時の火炎で温度が上昇している母材表面付近との温度勾配が大きくなり、

ガラス微粒子がより低温側に熱泳動することで、付着率が向上する。

【0008】

また、母材の堆積表面を冷却する方法については、以下の方法が既に公知となっている。

特許文献2は、堆積用バーナの直上に堆積面に向けて冷却用ガス吹出口を配置し、 $N_2$ 又はArガスを吹き付けて多孔質母材を冷却する方法を、特許文献3は、出発母材に冷却用ガスとしてHeを吹き付け、多孔質ガラス層形成直前の部位の表面温度を約500℃にまで冷却して堆積を行う方法を記載している。特許文献4は、堆積用バーナの直上に堆積面に向けて冷却用ノズルを配置し、コロナ放電により発生させたイオン噴流で、多孔質母材の表面を冷却しながら堆積を行う方法を、さらに、特許文献5は、回転しているターゲットの火炎が直接当たらない面を、水冷用ノズルから噴射される水流で強制冷却する方法を記載している。

【0009】

【特許文献1】特開2001-294429号公報

【特許文献2】特開昭61-86440号公報

【特許文献3】特開平01-203238号公報

【特許文献4】特開昭64-65040号公報

【特許文献5】特開平04-55336号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0010】

しかし、これらの方法を用いて実際に多孔質母材を製造してみたところ、以下の問題点が生じることが判明した。

すなわち、堆積効率の向上を目指し、冷却を過度に行った場合、多孔質母材の外層部と内層部の間に大きな表面温度差が生じ、外層部と内層部との収縮率の差によって、母材表面にヒビ割れを生じる場合がある、ことが判明した。

【0011】

本発明は、多孔質母材の表面を冷却しながら堆積を行う方法において、多孔質母材の表面にヒビ割れを発生せざることなく、ガラス微粒子の付着率の向上を図ることのできる、光ファイバ用多孔質母材の製造方法及びガラス母材を提供することを目的としている。

【課題を解決するための手段】

【0012】

本発明者による鋭意研究の結果、上記課題を解決したものであり、すなわち、本発明の光ファイバ用多孔質母材の製造方法は、ガラス原料を酸水素火炎中で火炎加水分解させ、生成したガラス微粒子を回転しているターゲット上に堆積して多孔質母材を形成し、これを脱水、焼結して透明ガラス化する光ファイバ母材の製造方法において、ガラス微粒子堆積用バーナとターゲットとの相対移動とともに変化する多孔質母材の表面温度に対して、該堆積用バーナから生じる火炎との接触時の多孔質母材の表面温度( $T_a$ )と、火炎接触前の多孔質母材の表面温度( $T_b$ )との温度差( $T_a - T_b$ )を、 $200^\circ\text{C} \leq (T_a - T_b) \leq 700^\circ\text{C}$ に調整することを特徴としている。なお、温度差( $T_a - T_b$ )の調整は、吸気口や排気口、ガス噴射口といった外部と接している箇所での気流の向き、流量等を調整することで行うことができる。

このようにして得られた光ファイバ用多孔質母材を脱水し、焼結・透明ガラス化することで、光ファイバ用ガラス母材を低コストで製造することができる。

【発明の効果】

【0013】

本発明の光ファイバ用多孔質母材の製造方法によれば、堆積用バーナによる火炎の接触前後の多孔質母材の表面温度差( $T_a - T_b$ )を、堆積中、 $200^\circ\text{C} \leq (T_a - T_b) \leq 700^\circ\text{C}$ に調整することにより、多孔質母材の表面にヒビ割れを発生させることなく、ガラス微粒子の付着率の向上を図ることができる。

このようにして得られた光ファイバ用多孔質母材を脱水し、焼結・透明ガラス化することで、光ファイバ用ガラス母材を低コストで製造することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0014】

ガラス微粒子の堆積部位は、堆積用バーナの移動につれて変位していくが、堆積部位の温度は、堆積用バーナの火炎の接触前後において変化する。このとき、火炎の接触前後の多孔質母材の表面温度差 ( $T_a - T_b$ ) が、 $200^{\circ}\text{C} \leq (T_a - T_b) \leq 700^{\circ}\text{C}$  となるように、堆積用バーナへの水素と酸素の供給量を調整することにより、多孔質母材の表面にヒビ割れを発生させることなく、ガラス微粒子の付着率の向上を図ることができる。

なお、表面温度差 ( $T_a - T_b$ ) が  $200^{\circ}\text{C}$  未満では、強制的に冷却を行っても、付着率の向上の効果があまり見られず、他方、この温度が  $700^{\circ}\text{C}$  を超えると、堆積中に多孔質母材に製品として使用できないような、ヒビ割れが生じる。

【0015】

次に、下記の比較例、実施例を挙げて本発明をさらに詳細に説明するが、本発明は、これらに限定されるものではなく、様々な態様が可能である。

【0016】

(比較例 1)

先ず、OVD法により直径  $50\text{ mm } \phi$  の石英ガラス製棒状ターゲットを多孔質母材の製造装置にセットし、4本の同心円多重管堆積用バーナを  $150\text{ mm}$  間隔で配置して、ガラス微粒子の堆積を行った。

使用した同心円多重管堆積用バーナは5重管からなるものであり、堆積初期においては、中心管に原料ガス ( $\text{SiCl}_4$ )  $1\text{ Nl/min/バーナ}$  及び酸素  $8\text{ Nl/min/バーナ}$ 、第3管に水素  $50\text{ Nl/min/バーナ}$ 、第5管には酸素  $20\text{ Nl/min/バーナ}$  をそれぞれ供給し、堆積終了時には、中心管に原料ガス ( $\text{SiCl}_4$ )  $10\text{ Nl/min/バーナ}$  及び酸素  $20\text{ Nl/min/バーナ}$ 、第3管に水素  $20\text{ Nl/min/バーナ}$ 、第4管に窒素  $4\text{ Nl/min/バーナ}$ 、第5管には酸素  $60\text{ Nl/min/バーナ}$  となるように、スート外径の増加に伴い、原料ガス、酸素及び水素の量をそれぞれ調整した。

【0017】

上記条件にて、堆積用バーナをターゲットに対し  $100\text{ mm/min}$  の速度で相対移動させながら多孔質母材の外径が  $300\text{ mm } \phi$  となるまで堆積を行った。なお、上記堆積中に、堆積用バーナから生じる火炎との接触時の多孔質母材の表面温度 ( $T_a$ ) と火炎接触前の多孔質母材の表面温度 ( $T_b$ ) との表面温度差 ( $T_a - T_b$ ) を測定したところ、その差は  $100^{\circ}\text{C}$  であった。

上記条件にて  $50\text{ hr}$  にわたり堆積を行った結果、表面ヒビの発生はなかったものの、堆積速度  $2000\text{ g/hr}$ 、付着効率  $0.50$  であった。

【0018】

(実施例 1 乃至 6 及び比較例 2)

使用した装置は、多孔質母材の表面を強制的に冷却する手段、すなわち吸気口を備えている。

直径  $50\text{ mm } \phi$  の石英ガラス製棒状ターゲットを装置にセットし、OVD法により同心円多重管堆積用バーナを用いて多孔質母材の堆積を行った。堆積用バーナには5重管堆積用バーナを使用し、各管に供給するガスは、中心管;  $\text{SiCl}_4 + \text{O}_2$ 、第2管;  $\text{Air}$ 、第3管;  $\text{H}_2$ 、第4管;  $\text{N}_2$ 、第5管;  $\text{O}_2$  とした。

【0019】

供給ガスの条件は、先の比較例 1 と同一とし、堆積用バーナをターゲットに対し  $100\text{ mm/min}$  の速度で相対移動させながら、多孔質母材の外径が  $300\text{ mm } \phi$  となるまで堆積中の表面温度差 ( $T_a - T_b$ ) を変化させ、堆積を行った。

表 1 に、堆積結果及びそのときの表面温度差 ( $T_a - T_b$ ) の値を示した。

表中、表面温度差 ( $T_a - T_b$ ) を  $800^{\circ}\text{C}$  とした比較例 2 は、堆積途中で多孔質母材の表面にヒビ割れが発生したため、堆積を途中で中止した。

なお、表面温度の測定は、サーモグラフの値をもって測定値としたが、他の方法によ

て測定してもよい。

【0020】

【表1】

| No.   | (Ta-Tb)<br>[℃] | 表面温度<br>の調整 | 付着時間<br>[hr]   | 付着率<br>[-] | 付着速度<br>[g/hr] | 表面ヒビ<br>の発生 |
|-------|----------------|-------------|----------------|------------|----------------|-------------|
| 比較例 1 | 100            | 無し          | 50.0           | 0.50       | 2000           | 無し          |
| 実施例 1 | 200            | 調整          | 49.0           | 0.51       | 2040           | 無し          |
| 2     | 300            | 調整          | 48.1           | 0.52       | 2080           | 無し          |
| 3     | 400            | 調整          | 46.3           | 0.54       | 2160           | 無し          |
| 4     | 500            | 調整          | 45.5           | 0.55       | 2200           | 無し          |
| 5     | 600            | 調整          | 43.9           | 0.57       | 2280           | 無し          |
| 6     | 700            | 調整          | 42.4           | 0.59       | 2360           | 無し          |
| 比較例 2 | 800            | 調整          | 250 mm φ で堆積中止 |            |                | 有り          |

【0021】

表1から明らかなように、堆積中、表面温度差 (Ta-Tb) を  $200\text{℃} \leq (Ta-Tb) \leq 700\text{℃}$  に調整した実施例1乃至6は、表面ヒビの発生も無く、付着率も0.51~0.59と従来より高く、ガラス微粒子付着率の向上を図ることができた。

【産業上の利用可能性】

【0022】

本発明の光ファイバ用多孔質母材の製造方法によれば、ガラス微粒子の付着率の向上を図ることができ、光ファイバのコスト低減に寄与する。



## 【書類名】 要約書

## 【要約】

【課題】 多孔質母材の表面を冷却しながら堆積を行う方法において、多孔質母材の表面にヒビ割れを発生せざることなく、ガラス微粒子の付着率の向上を図ることのできる、光ファイバ用多孔質母材の製造方法及びガラス母材を提供する。

【解決手段】 ガラス原料を酸素水素火炎中で火炎加水分解させ、生成したガラス微粒子を、回転しているターゲット上に堆積して多孔質母材を形成し、これを脱水、焼結して透明ガラス化する光ファイバ用石英ガラス母材の製造方法において、ガラス微粒子堆積用バーナとターゲットとの相対移動とともに変化する多孔質母材の表面温度に対して、該堆積用バーナから生じる火炎との接触時の多孔質母材の表面温度 ( $T_a$ ) と、火炎接触前の多孔質母材の表面温度 ( $T_b$ ) との温度差 ( $T_a - T_b$ ) を、 $200^{\circ}\text{C} \leq (T_a - T_b) \leq 700^{\circ}\text{C}$  に調整することを特徴としている。

【選択図】 なし

認定・付加情報

|         |                          |
|---------|--------------------------|
| 特許出願の番号 | 特願 2 0 0 4 - 0 0 2 1 2 8 |
| 受付番号    | 5 0 4 0 0 0 1 7 9 7 1    |
| 書類名     | 特許願                      |
| 担当官     | 第五担当上席 0 0 9 4           |
| 作成日     | 平成 1 6 年 1 月 8 日         |

< 認定情報・付加情報 >

|       |                  |
|-------|------------------|
| 【提出日】 | 平成 1 6 年 1 月 7 日 |
|-------|------------------|

特願 2 0 0 4 - 0 0 2 1 2 8

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[ 0 0 0 0 0 2 0 6 0 ]

1. 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 2 2 日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都千代田区大手町二丁目 6 番 1 号

氏 名

信越化学工業株式会社